

## ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ» (№№7-11 за 1997 год)

Ю.М. Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)  
620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

В журнале «Заводская лаборатория» (№№7-11 за 1997 год) опубликовано 27 статей. Их распределение по методам анализа приведено ниже.

### 1. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

#### 1.1. Электрохимические методы анализа

##### 1.1.1. Потенциометрический анализ

«Экстракционное концентрирование и потенциометрическое определение фенольных антиоксидантов в водах», *Т.Н.Ермолаева, Я.И.Коренман, Е.А.Подолкина. № 7, с.3-4.*

Изучена экстракция фенольных антиоксидантов из водных сред гидрофильными растворителями в присутствии сульфата аммония. Оптимизированы условия потенциометрического титрования фенолов по кислотно-основному механизму. Исследовано мешающее влияние сопутствующих веществ. Разработан экстракционно-потенциометрический способ определения фенольных антиоксидантов в экстрактах на основе N-метилпирролидона. Сопоставлены результаты определения фенолов по предлагаемому способу и ранее известной методике.

«Миниатюрный хлоридсеребряный электрод сравнения», *С.И.Кричмар, В.М.Безпальченко, В.П.Ефимце., № 7, с. 11-12.*

##### 1.1.2. Вольтамперометрический анализ

«Инверсионная вольтамперометрия меди на обновляемом графитовом электроде», *В.А.Тарасова, Ю.Б.Клетеник. № 8, с. 7-9.*

Предложен способ изготовления «твердопастовых» графитовых электродов для использования их в инверсионной вольтамперометрии в режиме

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор. Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

механического обновления рабочей поверхности электрода перед каждым циклом анализа. Показана на примере меди применимость таких электродов для определения следов металла в различных промышленных стоках. Относительные стандартные отклонения для трех концентрационных

интервалов: 0,001-0,01; 0,01-0,1 и 0,1-1 мг/л меди соответственно равны 0,15; 0,07 и 0,05. Минимально определяемая концентрация меди составляет  $5 \cdot 10^{-4}$  мг/л.

«Вольтамперометрическое определение платиновых металлов в сложных полупроводниковых композициях», *Т.Я.Врублевская, Л.В.Вронская, Л.А.Лебединец. № 9, с. 12-14.*

Исследована возможность вольтамперометрического определения рутения, платины и палладия в сложных полупроводниковых композициях. Изучено влияние Fe, Mn, Pb, Bi, Al, Cu, Ni, V, Si на определение Ru и Pt на перхлоратном фоне в присутствии лимонной кислоты и Pd - на аммиачном фоне. Показано, что пробоподготовка позволяет устранить мешающее действие Ru на определение Pt. Разработанная методика чувствительна и селективна. Относительная погрешность определения рутения между параллельными пробами находится в пределах  $\pm(0,5-1,0)\%$ , а платины и палладия -  $\pm(1,0-5,0)\%$ . Относительное стандартное отклонение не превышает 0,02 ( $n=5$ ).

«Определение хлор-ионов в природных, питьевых и сточных водах методом вольтамперометрии на обновляемом серебряном электроде», *Т.П.Александрова, Ю.Б.Клетеник. № 10, с. 7-10.* Исследована возможность использования разработанных ранее методик прямого и инверсионно-

вольтамперометрического определения хлорид-ионов на обновляемом серебряном электроде для анализа природных, питьевых и сточных вод. Показана возможность определения хлорид-иона в интервале концентраций 0,03–2500 мг/л. Проверено влияние наиболее распространенных катионов и анионов.

«Вольтамперометрический метод определения серебра и иодистого калия в иодидном электролите серебрения», *О.Г.Зарубицкий, А.И.Лисогор, В.И.Ковалевский. № 11, с. 10–12.*

Исследована поляризация никелевого электрода при восстановлении ионов серебра и окислении ионов иода в иодидном электролите серебрения. Предложена быстрая и точная вольтамперометрическая методика определения концентрации указанных ионов в этом растворе.

### 1.2. Фотометрический анализ

«Определение церия, празеодима и неодима в растворах лантановых концентратов», *С.В.Бельтюкова, Е.И.Целик, В.А.Перфильев, № 9, с. 10–11.*

Описаны методики определения примесных РЗЭ по их индивидуальным спектрам поглощения (Pr, Nd) и люминесценции (Ce) в растворах лантановых концентратов. Пределы обнаружения составляют  $1 \cdot 10^{-4}$  (Pr);  $3 \cdot 10^{-4}$  (Nd);  $1 \cdot 10^{-3}$  % (Ce).

«Экстракционно-фотометрическое определение железа (III) в медных сплавах», *Х.Д.Нагиев, Ф.М.Чырагов, Д.Г.Гамбаров, А.М.Аюбова, Э.И.Ахмедов. № 7, с. 5–7.*

Изучены экстракционные возможности нового органического реагента - бис-(1-фенил-3-метил-4-бензоилпиразолон-5)-(этилендиимина, синтезированного на основе 1-фенил-3-метил-4-бензоилпиразолон-5 и этилендиамина, по отношению к ионам железа (III). Исследованы условия комплексообразования Fe(III) и разработана методика фотометрического определения микроколичеств железа в медных сплавах непосредственно в аликвоте без предварительного отделения основы. Методика проста, экспрессна и дает надежные результаты.

«Определение меди, никеля, гидроксида натрия и формальдегида в растворах химического меднения», *А.В.Дрозд, И.Г.Перьков, Г.В.Арцебашев, И.В.Шибина. № 7, с. 7–10.*

Разработана методика одновременного фотометрического определения меди, никеля, гидроксида натрия и формальдегида в тартратных растворах химического меднения. Концентрации меди, никеля и величину рОН находят решением системы уравнений, а содержание формальдегида - по убыли концентраций меди и никеля после введения в анализируемый раствор дестабилизатора  $\text{PdCl}_2$  или  $\text{AgNO}_3$ . Методика характеризуется экспрессностью и может быть использована в

автоматическом варианте контроля и корректирования состава ванн химического меднения.

«Фотометрическое определение никеля в природных водах», *В.К.Зинчук, Л.И.Федько. № 10, с. 12–13.*

Исследованы условия образования красного соединения ионов никеля с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии пероксомоносерной кислоты  $\text{H}_2\text{SO}_5$  и разработана методика фотометрического определения никеля в природных водах. Нижний предел определяемых содержаний составляет 1,0 мкг в 25,0 мл.

«Определение соединений фтора в воздухе рабочей зоны сварочных производств», *А.А.Эннан, Е.К.Дзержко, С.П.Сахно. № 10, с. 13–16.*

Описана аттестованная высокочувствительная, избирательная методика спектрофотометрического определения фтороводорода и его солей в газовой и твердой составляющих сварочного аэрозоля. Измерения проводили на спектрометре «Спекорд М 400». Фотометрическая точность составляет  $\pm 0,003 \text{ Е}$  при  $\text{Е} < 1$ , где Е - экстинкция; относительное стандартное отклонение не превышает 0,001 в диапазоне от 0,004 до 2,5 мкг/см<sup>3</sup>. Определению не мешает присутствие ионов Fe, Zn, Mg, Cu в количествах, отвечающих реальному составу твердой составляющей сварочного аэрозоля.

«Применение арсеназо III как реагента для фотометрического определения стронция в ВТСП и подземных водах», *О.П.Шкадаускене, Ю.С.Шкадаускас. № 11, с. 9–10.*

Описана методика фотометрического определения стронция в сверхпроводниках и подземных водах с арсеназо III при рН 9,18. Закон Бера соблюдается в интервале концентраций стронция 2–20 мг в 25 мл. Мешающее влияние кальция устраняется добавлением раствора трилона Б. Относительное стандартное отклонение определений не превышает 0,067.

### 1.3. Атомно-абсорбционный анализ

«Групповое концентрирование и атомно-абсорбционное определение микроколичеств тяжелых металлов при анализе объектов окружающей среды», *Н.Н.Басаргин, И.М.Кутырев, А.В.Дьяченко, Ю.Г.Розовский, В.А.Голосницкая, А.В.Кадомцева. № 7, с. 1–3.*

Описана методика атомно-абсорбционного определения Zn, Cu, Ni, Co и Pb и питьевых, природных и сточных водах, основанная на их предварительном групповом концентрировании с использованием полимерного хелатного сорбента - полистиролазо-бензол-3,5-диокси-4-метилениминодиуксусной кислоты. Определению не мешают  $n \cdot 10^4$ -кратные массовые количества K, Na,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ;  $n \cdot 10^2$  - Cr(III), Al, Fe, Mn, W. Правильность методики проверена методом добавок. Относительное стан-

дартное отклонение равно 0,02-0,05.

#### 1.4. Хроматографический анализ

«Контроль содержания жирорастворимых витаминов в поливитаминных препаратах», *Л.В.Денисова, Л.Н.Балятинская, В.Н.Филимонов, И.Ф.Колосова, З.И.Батракова, Д.Ф.Данковская.* № 8, с. 1-3.

Описана методика разделения и количественного определения смеси жирорастворимых витаминов (А, Д<sub>3</sub>, Е) методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии с элюированием для контроля содержания витаминов в препарате «Тривит».

#### 1.5. Прочие методы анализа

«Определение ионных примесей в воде», *Н.Н.Красиков, И.С.Лужина.* № 10, с. 10-11.

Описан оригинальный электрофизический метод анализа примесного состава воды с использованием двух пар электродов, первые из которых создают переменное электрическое поле, а вторые применяются для измерения разности электрических потенциалов, зависящей от наличия примесей в межэлектродном пространстве. Метод может применяться как в статических условиях, так и в потоке, например для регистрации выброса вредных веществ в сточные воды.

«Выбор метода определения калорийности природного газа», *Ю.И.Александров, В.И.Беляков, Е.Н.Корчагина, Е.А.Хацкевич.* № 11, с. 1-8.

Проведен сравнительный анализ двух основных способов оценки калорийности природного газа - прямого калориметрического измерения и расчетного, основанного на газохроматографическом анализе состава природного газа. Показано, что расчетный способ обеспечивает возможность оценки калорийности газа с погрешностью, приближающейся к 0,1 %, только в том случае, если при газохроматографическом анализе были соблюдены все требования стандарта ISO 6976.

## 2. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 2.1. Атомно-эмиссионный анализ

«Определение примесей редкоземельных элементов в чистом диоксиде церия методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой», *Г.И.Шманенкова, А.Э.Теселкина, Ю.А.Карпов, Л.В.Колесова, В.В.Недлер, В.П.Щелкова.* № 8, с. 24-25.

Описана методика химико-атомно-эмиссионного определения примесей РЗЭ в чистом диоксиде церия с их предварительным гидролитическим и экстракционно-хроматографическим концентрированием. Методика позволяет определить содержание La, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Tm, Yb, Lu, Y на уровне  $5 \cdot 10^{-5}$  -  $5 \cdot 10^{-3}$  % и Tb, Ho, Er - на

уровне  $5 \cdot 10^{-4}$  -  $5 \cdot 10^{-3}$  % по массе.

«Проточное сорбционно-атомно-эмиссионное с индуктивно-связанной плазмой определение металлов в природных водах», *Н.П.Старшинова, Э.М.Седых, Г.И.Цизин, Н.М.Кузьмин, Ю.А.Золотов.* № 9, с. 20-23.

Описан высокочувствительный метод определения Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn, V в природных водах, включающий проточное концентрирование и «on-line» атомно-эмиссионное с индуктивно-связанной плазмой (ИСП) детектирование. Металлы сорбировали на микроколлонках с ДЭТАТА-сорбентом и десорбировали в детектор спектрометра с помощью проточно-инжекционного блока. Концентрирование в течение 1 мин обеспечило снижение пределов обнаружения металлов в 10-20 раз по сравнению с прямым атомно-эмиссионным с ИСП определением. Относительное стандартное отклонение определения металлов предлагаемым методом при концентрациях 1-10 мкг/л составляет 0,02-0,06. Правильность определения металлов в речной и морской воде подтверждена методом «введено-найдено».

### 2.2. Рентгеноспектральный анализ

«Микрозондовое определение концентраций ионов марганца разной валентности в минералах», *И.М.Куликова, Р.Л.Баринский.* № 8, с. 20-23.

Разработан рентгеноспектральный микрозондовый метод определения концентраций ионов марганца различной валентности в минералах. Метод учитывает аддитивность вкладов в коэффициент поглощения  $L\alpha$ -линии Mn от ионов разной валентности и заключается в определении коэффициентов поглощения по относительной интенсивности  $L\alpha$ -линии, измеренной при двух ускоряющих напряжениях зонда. Коэффициент поглощения служит величиной, используемой для определения концентраций двух-, трех- и четырехвалентного марганца. Метод применяется при исследовании валентного состояния марганца в различных минералах.

«Сравнение различных вариантов рентгенофлуоресцентного и нейтронно-активационного методов анализа при исследовании экологических образцов», *В.И.Кудряшов, Е.Л.Журавлева, О.Д.Маслов.* № 9, с. 15-19.

Рассмотрены возможности применения разновидностей рентгенофлуоресцентного и инструментально-активационного методов элементного анализа горного льда, снега, воды, грунта и других природных образцов. Определено содержание ряда элементов в пробах льда из ледников Памиро-Алтайской горной системы. Даны рекомендации по выбору методов анализа образцов в целях контроля окружающей среды.



### 2.3. Нейтроноаквационный анализ

«Неразрушающий экспрессный контроль качества золотых мерных слитков и изделий из золота и серебра», *А.В.Андреев, И.В.Безсуднов, Е.П.Боголюбов, С.А.Макаров, Ю.Г.Полканов, В.А.Севрюков. № 11, с. 13-17.*

Предложены методики неразрушающего экспрессного прецизионного определения золота и серебра в изделиях, содержащих эти элементы в качестве основных компонентов (ювелирные изделия, маломерные слитки золота, монеты, самородки и др.). Анализ основан на облучении образцов потоком нейтронов с энергией 2-3 МэВ нейтронного генератора и использовании реакций ( $n, n'$ ) для золота и ( $n, \gamma$ ) для серебра. Показано, что суммарная погрешность результатов анализа составляет 1-3 % отн. для диапазона концентраций Au и Ag от 30 до 100% масс. Рассмотрен проект автоматизированной установки «Контроль» на базе портативного нейтронного генератора ИНГ-07 для неразрушающего экспрессного определения макросодержаний Au и Ag.

### 2.4. Прочие методы анализа

«Магнетометрический контроль хромовых электролитов», *Л.И.Скворцова, Ю.Б.Клетник. № 8, с. 10-12.*

Описана методика магнетометрического определения хрома (VI), хрома (III) и железа в электролитах хромирования, основанная на измерении магнитной восприимчивости непосредственно электролита и двух растворов после несложной подготовки. Продолжительность определения трех компонентов составляет 20 мин, относительное стандартное отклонение не превышает 0,037.

«Разработка новых высокоточных методов контроля влажности угля», *А.М.Онищенко. № 8, с. 13-20.*

На основе анализа спектров диффузного отражения инфракрасного излучения сухими и влажными углями и вмещающими породами проведен выбор наиболее информативных пар инфракрасных сигналов. Описан универсальный датчик для контроля влажности с общим источником и двумя фотоприемниками. Приведены схемы и основные особенности четырех методов контроля влажности: по минимуму расстояний Эвклида и Махалано-биса, по вероятностным расстояниям и по методу отношений пары сигналов. Дана геометрическая интерпретация методов и проведен их сопоставительный анализ. Показана возможность совмещения любого из четырех методов в многофункциональном инфракрасном влагомере.

«Оптимизация инфракрасного контроля окружающей среды», *А.М.Онищенко, № 11, с.17-25.* Описан новый метод инфракрасного контроля концентраций общей и угольной пыли, а также дымовых газов. Метод основан на измерении интенсивностей рассеянного в направлении впе-

ред и прошедшего через контролируемый слой инфракрасного излучения. Искомая концентрация пыли или газа определяется по величине отношения интенсивностей в разных диапазонах длин волн. Предлагаемый метод позволяет расширить функциональные возможности одновременно-го определения концентраций многих соединений, а также в несколько раз уменьшить погрешность.

### 3. Экология и анализ

«Загрязнение окружающей среды свинцом и его аналитический контроль», *С.Л.Давыдова. № 10, с. 2-7.*

Дан обзор современного состояния вопроса загрязнения окружающей среды свинцом и рассмотрены некоторые аспекты аналитического контроля за его содержанием.

### 4. Метрология и сертификация

«Погрешности опробования и анализа проб при сертификации партий вторичного сырья и продукции, содержащих драгоценные металлы», *В.А.Разумов, Ю.М.Калмыков, Т.М.Душкова, Ю.А.Карпов, Л.Н.Филимонов. № 9, с. 1-9.*

По данным анализа 2080 лабораторных проб, отобранных от 130 партий 22 видов материалов, содержащих драгоценные металлы (вторичное сырье, полупродукты, продукция и неликвидные отходы), получены оценки характеристик погрешности экспериментального определения массовой доли драгоценных металлов в партии материала. Показано, что погрешности фактически используемых методик опробования в случае сертификации сырья, содержащего драгоценные металлы, существенно превосходят погрешности, возникающие на стадии анализа проб. Учет полученной информации о значениях возможных погрешностей позволит более объективно выполнять оценку качества сырья и продукции.

### 5. Приборы и устройства

«Модифицированная воронка для фильтрации при обычном давлении», *М.Ф.Кесаманлы. № 7, с. 12.*

«Регулирование концентрации дозируемого газа в процессе приготовления контрольной газовой смеси», *А.А.Кораблева, Т.В.Колобашкина. № 8, с. 3-6.*

Описан способ непрерывного контроля и регулирования концентрации дозируемого газа в процессе приготовления контрольной газовой смеси. Показана возможность его применения для приготовления смесей реакционноспособных и неустойчивых веществ, хранение которых длительное время невозможно. Предложена схема генератора, реализующего разработанный способ.